

特 許 協 力 条 約

PCT

国際予備審査報告

(法第12条、法施行規則第56条)
[PCT36条及びPCT規則70]

REC'D 12 DEC 2003

WIPO PCT

出願人又は代理人 の書類記号 E06011USPCT	今後の手続きについては、国際予備審査報告の送付通知(様式PCT/ IPEA/416)を参照すること。	
国際出願番号 PCT/JPO3/03759	国際出願日 (日.月.年) 26.03.03	優先日 (日.月.年) 27.03.02
国際特許分類(IPC) Int. Cl. ⁷ C03C3/06, C03B20/00		
出願人(氏名又は名称) 独立行政法人 科学技術振興機構		

- 国際予備審査機関が作成したこの国際予備審査報告を法施行規則第57条(PCT36条)の規定に従い送付する。
- この国際予備審査報告は、この表紙を含めて全部で 3 ページからなる。
☒ この国際予備審査報告には、附属書類、つまり補正されて、この報告の基礎とされた及び/又はこの国際予備審査機関に対してした訂正を含む明細書、請求の範囲及び/又は図面も添付されている。
(PCT規則70.16及びPCT実施細則第607号参照)
この附属書類は、全部で 4 ページである。
- この国際予備審査報告は、次の内容を含む。
 - ☒ 国際予備審査報告の基礎
 - ☐ 優先権
 - ☐ 新規性、進歩性又は産業上の利用可能性についての国際予備審査報告の不作成
 - ☐ 発明の単一性の欠如
 - ☒ PCT35条(2)に規定する新規性、進歩性又は産業上の利用可能性についての見解、それを裏付けるための文献及び説明
 - ☐ ある種の引用文献
 - ☐ 国際出願の不備
 - ☐ 国際出願に対する意見

国際予備審査の請求書を受理した日 24.10.03	国際予備審査報告を作成した日 26.11.03		
名称及びあて先 日本国特許庁(IPEA/JP) 郵便番号100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号	特許庁審査官(権限のある職員) 塩見 篤史	4T	9629
	電話番号 03-3581-1101 内線 3465		

I. 国際予備審査報告の基礎

1. この国際予備審査報告は下記の出願書類に基づいて作成された。(法第6条(PCT14条)の規定に基づく命令に
 応答するために提出された差し替え用紙は、この報告書において「出願時」とし、本報告書には添付しない。
 PCT規則70.16, 70.17)

☐ 出願時の国際出願書類

☒ 明細書 第 2, 5-10 ページ、 出願時に提出されたもの
 明細書 第 1, 3, 4 ページ、 国際予備審査の請求書と共に提出されたもの
 明細書 第 _____ ページ、 _____ 付の書簡と共に提出されたもの

☒ 請求の範囲 第 3 項、 出願時に提出されたもの
 請求の範囲 第 _____ 項、 PCT19条の規定に基づき補正されたもの
 請求の範囲 第 1, 2 項、 国際予備審査の請求書と共に提出されたもの
 請求の範囲 第 _____ 項、 _____ 付の書簡と共に提出されたもの

☐ 図面 第 _____ ページ/図、 出願時に提出されたもの
 図面 第 _____ ページ/図、 国際予備審査の請求書と共に提出されたもの
 図面 第 _____ ページ/図、 _____ 付の書簡と共に提出されたもの

☐ 明細書の配列表の部分 第 _____ ページ、 出願時に提出されたもの
 明細書の配列表の部分 第 _____ ページ、 国際予備審査の請求書と共に提出されたもの
 明細書の配列表の部分 第 _____ ページ、 _____ 付の書簡と共に提出されたもの

2. 上記の出願書類の言語は、下記に示す場合を除くほか、この国際出願の言語である。

上記の書類は、下記の言語である _____ 語である。

- ☐ 国際調査のために提出されたPCT規則23.1(b)にいう翻訳文の言語
☐ PCT規則48.3(b)にいう国際公開の言語
☐ 国際予備審査のために提出されたPCT規則55.2または55.3にいう翻訳文の言語

3. この国際出願は、ヌクレオチド又はアミノ酸配列を含んでおり、次の配列表に基づき国際予備審査報告を行った。

- ☐ この国際出願に含まれる書面による配列表
☐ この国際出願と共に提出された磁気ディスクによる配列表
☐ 出願後に、この国際予備審査(または調査)機関に提出された書面による配列表
☐ 出願後に、この国際予備審査(または調査)機関に提出された磁気ディスクによる配列表
☐ 出願後に提出した書面による配列表が出願時における国際出願の開示の範囲を超える事項を含まない旨の陳述書の提出があった
☐ 書面による配列表に記載した配列と磁気ディスクによる配列表に記録した配列が同一である旨の陳述書の提出があった。

4. 補正により、下記の書類が削除された。

- ☐ 明細書 第 _____ ページ
☐ 請求の範囲 第 _____ 項
☐ 図面 図面の第 _____ ページ/図

5. ☐ この国際予備審査報告は、補充欄に示したように、補正が出願時における開示の範囲を越えてされたものと認められるので、その補正がされなかったものとして作成した。(PCT規則70.2(c) この補正を含む差し替え用紙は上記1.における判断の際に考慮しなければならず、本報告に添付する。)

V. 新規性、進歩性又は産業上の利用可能性についての法第12条(PCT35条(2))に定める見解、それを裏付ける文献及び説明

1. 見解

新規性(N)

請求の範囲 1-3

有

請求の範囲

無

進歩性(IS)

請求の範囲 1-3

有

請求の範囲

無

産業上の利用可能性(IA)

請求の範囲 1-3

有

請求の範囲

無

2. 文献及び説明(PCT規則70.7)

国際調査報告で提示された引用文献

1. JP 2001-180962 A(旭硝子株式会社)2001.07.03
2. JP 9-241030 A(信越石英株式会社)1997.09.16
3. JP 2001-72428 A(旭硝子株式会社)2001.03.21
4. EP 1084995 A1(HERAEUS QUARZGLAS GMBH & CO. KG)2001.03.21
5. JP 2000-239040 A(信越石英株式会社)2000.09.05
6. EP 870737 A1(SHIN-ETSU QUARTZ PRODUCTS CO., LTD.)1998.10.14
7. JP 2001-311801 A(旭硝子株式会社)
8. 細野秀雄、フッ素分子エキシマレーザー(157nm)用シリカガラス、応用物理、2000.04.10、vol.69、no.4、p.415-419

請求項1-3について

進歩性有り

引用文献1には、波長150~200nmの紫外線を照射して使用される合成石英ガラスであって、合成石英ガラス中のOH基濃度が10ppm以下、水素分子濃度が 1×10^{17} 分子/cm³未満であって、実質的に還元型欠陥を含まず、かつ波長172nmの紫外線を照度10mW/cm²で10kJ/cm²照射した後の波長150~200nmにおける吸光係数の変化量が0.2cm⁻¹以下であることが記載されている。また、実施例では、OH基濃度が<0.2ppmのものが示されている。しかしながら、引用文献1には、OH基濃度が1ppm以下のものにおいて、酸素過剰型欠陥濃度を極めて少なくする 1×10^{16} 個/cm³以下とすることにより、NB OHCによる180nmを中心とする吸収帯の存在による光透過率低下を低減できる点について記載されていない。また、この点について、引用文献2-8にも記載されておらず、これら先行技術から当業者が容易に想到し得たものであるとはいえない。

明 細 書

合成石英ガラス

5 技術分野

本発明は、波長150～190nmの紫外線を光源とする装置に用いられる光学部材用合成石英ガラスとその製造方法に関し、詳しくは、ArFエキシマレーザ（193nm）、F₂レーザ（157nm）、低圧水銀ランプ（185nm）、エキシマランプ（Xe-Xe：172nm）などの真空紫外～紫外光用のレンズ、プリズム、フォトマスク、窓材、ペリクルなどの光学部品として用いられる合成石英ガラスに関する。

背景技術

合成石英ガラスは、近赤外から真空紫外域にわたる広範囲の波長域に亘って透明な材料であること、熱膨張係数が極めて小さく寸法安定性に優れていること、また、金属不純物をほとんど含有せず高純度であることなどの特徴がある。そのため、従来のg線、i線を光源として用いた光学装置の光学部材には合成石英ガラスが主に用いられてきた。

近年、LSIの高集積化に伴い、ウエハ上に集積回路パターンを描画する光リソグラフィ技術において、より線幅の短い微細な描画技術が要求されており、これに対応するために露光光源の短波長化が進められている。すなわち、例えば、リソグラフィ用ステッパの光源は、従来のg線（436nm）、i線（365nm）

1 として使用する場合、耐紫外線性に問題があった。

最近、合成石英ガラス中のOH基濃度が10 ppm以下、水素分子濃度が 1×10^{17} 分子/cm³未満であって、実質的に還元型欠陥を含まないものとするこ
5 によって、波長172 nmの紫外線を10 mW/cm²で10 kJ/cm²照射し
た後の波長150～200 nmにおける吸光係数の変化量が0.2 cm以下とし
た合成石英ガラスの発明がなされている（特許文献1）。

特許文献1 特開2001-180962号公報

発明の開示

10 本発明は、波長150～190 nmの紫外線を光源とする装置に用いられ、波
長150～190 nmの紫外光に対する耐紫外線性に優れた合成石英ガラスの提
供を目的とする。

本発明者らは、耐紫外線性について詳細な研究を行った結果、合成石英ガラス
に生じる吸収帯には、214 nm吸収帯と260 nm吸収帯以外に、NBOHC
15 による180 nmを中心とする吸収帯（以下、「180 nm吸収帯」という）が
存在することを初めて知見した。紫外線を照射した場合、波長150～190 n
mにおける光透過率低下はNBOHC生成が主因であり、透過率低下を低減する
ためには、生成するNBOHCの濃度を所定の値以下に抑制することが必要であ
り、そのためには、合成石英ガラス中のOH基および酸素過剰型欠陥（≡Si-
20 O-O-Si≡）を所定の濃度範囲に制御すればよいことを見出した。

すなわち、本発明は、波長150～190 nmの光に使用される合成石英ガラ
スにおいて、合成石英ガラス中のOH基濃度が1 ppm未満であり、酸素過剰型

1 欠陥濃度が 1×10^{16} 個 / cm^3 以下、水素分子濃度が 1×10^{17} 分子 / cm^3 未満、かつキセノンエキシマランプ光を照度 $10 \text{ mW} / \text{cm}^2$ で $3 \text{ kJ} / \text{cm}^2$ 照射した後の非架橋酸素ラジカルの濃度が 1×10^{16} 個 / cm^3 以下であることを特徴とする合成石英ガラスを提供する。

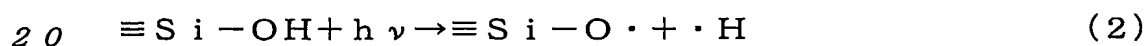
5 また、本発明は、波長 $150 \sim 190 \text{ nm}$ の光に使用される合成石英ガラスにおいて、合成石英ガラス中の OH 基濃度が 1 ppm 未満であり、酸素過剰型欠陥濃度が 1×10^{16} 個 / cm^3 以下、水素分子濃度が 1×10^{17} 分子 / cm^3 未満、かつ F^2 レーザ光をエネルギー密度 $10 \text{ mJ} / \text{cm}^2$ / パルスで 10^7 パルス照射した後の非架橋酸素ラジカルの濃度が 1×10^{16} 個 / cm^3 以下であることを特徴とする合成石英ガラスを提供する。

NBOHC 濃度 C_{NBOHC} (個 / cm^3) と 180 nm 吸収係数 α_{180} (cm^{-1}) との関係は式 (1) により与えられ、

$$C_{\text{NBOHC}} (\text{個} / \text{cm}^3) = 2.4 \times 10^{17} \times \alpha_{180} (\text{cm}^{-1}) \quad (1)$$

15 NBOHC の濃度を 1×10^{16} 個 / cm^3 以下に抑えることにより 180 nm 吸収帯の生成を低減することができ、優れた耐紫外線性を得ることができる。

合成石英ガラス中の OH 基は、式 (2) に従って紫外線照射により NBOHC となり、耐紫外線性を低下させるだけでなく初期光透過性にも悪影響を与えるため、合成石英ガラス中の OH 基濃度は低い方が好ましく、具体的には 1 ppm 以下が好ましい。



合成石英ガラス中の酸素過剰型欠陥は、 $\equiv \text{Si}-\text{O}-\text{O}-\text{Si} \equiv$ 構造のことを意味し、 OH 基と同様、式 (3) に従って紫外線照射により NBOHC となり耐

5

10

15

20